



Europäisches
Patentamt

European
Patent Office

Office européen
des brevets



Bescheinigung

Certificate

Attestation

Die angehefteten Unterlagen stimmen mit der ursprünglich eingereichten Fassung der auf dem nächsten Blatt bezeichneten europäischen Patentanmeldung überein.

The attached documents are exact copies of the European patent application described on the following page, as originally filed.

Les documents fixés à cette attestation sont conformes à la version initialement déposée de la demande de brevet européen spécifiée à la page suivante.

Patentanmeldung Nr. Patent application No. Demande de brevet n°

00810520.7

Rytel
Filed June 13, 2001
39021-172671

Der Präsident des Europäischen Patentamts;
Im Auftrag

For the President of the European Patent Office

Le Président de l'Office européen des brevets
p.o.

I.L.C. HATTEN-HECKMAN

DEN HAAG, DEN
THE HAGUE, 07/06/01
LA HAYE, LE

THIS PAGE BLANK (USPTO)



**Eur päisches
Patentamt**

**European
Patent Office**

**Office européen
des brevets**

**Blatt 2 d r Bescheinigung
Sheet 2 of the certificate
Page 2 de l'attestation**

Anmeldung Nr.:
Application no.:
Demande n°: **00810520.7**

Anmeldetag:
Date of filing:
Date de dépôt: **15/06/00**

Anmelder:
Applicant(s):
Demandeur(s):
**Nitrochemie Wimmis AG
3752 Wimmis
SWITZERLAND**

Bezeichnung der Erfindung:
Title of the invention:
Titre de l'invention:

Verfahren zur Herstellung eines funktionalen hochenergetischen Materials

In Anspruch genommene Priorität(en) / Priority(ies) claimed / Priorité(s) revendiquée(s)

Staat:
State:
Pays:

Tag:
Date:
Date:

Aktenzeichen:
File no.
Numéro de dépôt:

Internationale Patentklassifikation:
International Patent classification:
Classification internationale des brevets:

C06B45/22, C06B21/00

Am Anmeldetag benannte Vertragsstaaten:
Contracting states designated at date of filing: AT/BE/CH/CY/DE/DK/ES/FI/FR/GB/GR/IE/IT/LI/LU/MC/NL/PT/SE/UK
Etats contractants désignés lors du dépôt:

Bemerkungen:
Remarks:
Remarques:

THIS PAGE BLANK (USPTO)

Verfahren zur Herstellung eines funktionalen hochenergetischen Materials

Technisches Gebiet

- Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines funktionalen hochenergetischen
- 5 Materials mit schichtartig strukturiertem Korn enthaltend einen energiereichen Weichmacher und einen polymeren Phlegmatisator. Ferner bezieht sich die Erfindung auf ein solches Material.

Stand der Technik

Die Erkenntnisse, welche anlässlich der in neuerer Zeit ausgetragenen internationalen militärischen Konflikte gewonnen wurden, deckten die Notwendigkeit einer Neuorientierung auf, welcher insbesondere im Bereich mobiler Waffensysteme im Mittelkaliberbereich
5 (Kalibergrösse zwischen 12-50 mm) eine besondere Bedeutung beikommt. Hierbei sind Leistungssteigerungen, welche mittels waffenseitigen Neuentwicklungen erkaufte werden müssen, sehr teuer, da materialtechnisch massive Verbesserungen notwendig sind um den resultierenden höheren Spitzengasdrücken erfolgreich zu widerstehen.

Aus Kostengründen besteht daher in der Wehrtechnik ein grosses Interesse, die gewünschten Leistungssteigerungen in bereits eingeführten, bestehenden Waffenplattformen
10 zu bewerkstelligen. Ein innovatives Konzept hierzu basiert auf einer Familie neuartiger unterkalibriger Munition (Frangible, Pfeil). Diese erbringt ihre gewünschte Zieleinwirkung rein durch Umsetzung kinetischer Energie, d.h. ohne zusätzliche Explosivstoffe. Trotzdem lässt sich diese neuartige Munition aus gängigen Waffen abfeuern. Da dieser neuartigen Munition zur Erreichung der gewünschten Zielwirkung lediglich die kinetische Geschossenergie
15 zur Verfügung steht, ist die Mündungsgeschwindigkeit, d.h. diejenige Geschwindigkeit, mit welcher die Munitionskomponente den Waffenlauf verlässt, resp. mit welcher kinetischen Energie das Projektil auf das Ziel auftrifft, hierbei von grösster Bedeutung. Je höher die Mündungsgeschwindigkeit ist, umso wirkungsvoller ist der zielwirksame Effekt, da insbesondere bei solchen kinetischen Geschossen der Geschwindigkeitsverlust (kleiner Cw-
20 Wert) sehr gering ist. Eine Verkürzung der Flugzeit und eine Flugbahnstabilisierung sind weitere wichtige positive Aspekte resultierend aus einer hohen Mündungsgeschwindigkeit, was zudem eine kleinere Windempfindlichkeit und eine Erhöhung der Ersttrefferwahrscheinlichkeit bewirkt.

25 Um die von der oben beschriebenen, neuartigen unterkalibrigen Hochleistungsmunition benötigten Mündungsgeschwindigkeiten zu erzielen, sind in der Wehrtechnik neuartige Treibladungspulver (TLP) verlangt, welche gegenüber auf Nitrocellulose basierenden einbasigen Treibladungspulvern eine höhere kinetische Energie auf die Munitionskomponente

übertragen können. Das Problem bei der Bereitstellung dieser geforderten neuen Hochleistungs-TLP besteht nun darin, unerwünschte Nebeneffekte zu vermeiden, d.h. auf dem geforderten erhöhten Leistungsniveau trotzdem die volle erweiterte Systemverträglichkeit bezüglich Rohr (Erosion, Korrosion), Waffe (Spitzengasdrücke, Kadenz) und Umwelt (Vermeidung umweltproblematischer Rezepturkomponenten) zu gewährleisten. Auch sollte die ballistische Stabilität, d.h. die Zeitdauer, innerhalb welcher die mit dem Treibladungspulver gefüllte Munition sicher und anforderungskonform verschossen werden kann, gegenüber den konventionellen Treibladungspulvern nicht reduziert werden. Schliesslich ist es wünschenswert, dass die geforderten Hochleistungs-TLP kostengünstig herstellbar sind, d.h. von leicht zugänglichen, kostengünstigen Startmaterialien ausgehen und insbesondere keine aufwendigen Verarbeitungsprozesse (wie z.B. Walzprozesse bei mehrbasigen TLP) benötigen.

Mit Pulvern, welche grössere Anteile an kristallinen Sprengstoffen wie Hexogen, Octogen oder CL-20 enthalten (Nitraminpulver), können zwar hohe Mündungsgeschwindigkeiten erzielt werden, doch wird dabei die Rohrlebensdauer auf eine unakzeptabel niedrige Schusszahl reduziert. Der Grund dieses unerwünschten Verhaltens liegt darin, dass die Flammtemperatur der Verbrennungsgase im Waffenlauf infolge des hohen Energieinhaltes dieser Pulver sehr hoch ist sowie der hohe Gehalt an Wasserstoff in den resultierenden Verbrennungsgasen.

Ein weiterer Ansatz zur Erhöhung des Energieinhalts besteht in der Beifügung eines geeigneten hochenergetischen Sprengöls zur Kornmatrix. In diesem Zusammenhang sind zunächst die sogenannten Kugelpulver zu nennen. Die maximale Grösse der sphärischen Pulverteilchen ist jedoch limitiert. Daher sind diese Pulver jedoch inhärent sehr brisant und haben vor allem im Kleinkaliberbereich eine technische Bedeutung erlangt. Ausserdem weisen diese Pulver gegenüber einbasigen TLP zumeist eine stark eingeschränkte ballistische und chemische Stabilität auf.

Aus der US 4.963.296 sind sogenannte zweibasige TLP bekannt. Sie stellen einen zweiten Pulvertyp dar, welcher ein in der Kornmatrix eingearbeitetes Sprengöl enthält. Infolge des

aufwendigen Herstellungsverfahrens sind diese Pulver jedoch sehr kostspielig. Ausserdem bewirkt dieser Pulvertyp für Mittelkaliber-Applikationen eine starke Rohrerrosion und hat daher in diesem Gebiet praktisch keine technische Bedeutung erlangt.

In der Publikation von B. Vogelsanger, K. Ryf, Int. Annu. Conf. ICT (1998), 29th(Energetic
5 Materials), 38.1-38.14 sind neuartige funktionale hochenergetische Materialien
beschrieben, welche Dank einem funktionalen, schichtartigen Aufbau in der Kornmatrix die
oben beschriebenen Nachteile nicht aufweisen. Basierend auf diesen neuartigen
funktionalen Materialien ist es gelungen, eine neue Generation von Höchstleistungs-TLP
(Schüttpulver) bereitzustellen, welche u.a. erfolgreich als Antriebskomponenten für unter-
10 kalibrige Hochleistungsmunition eingesetzt werden können und hierbei die Erzielung der
von der Technik geforderten hohe Mündungsgeschwindigkeit erlauben. Die vorteilhaften
Eigenschaften dieser neuen TLP-Generation wird durch einen gezielten, schichtweisen
Aufbau des zylinderförmigen Pulverkorns erreicht. Dabei befindet sich der oder die energie-
15 tischen Weichmacher bzw. Sprengöle und ein polymerer Phlegmatisator in den gewünsch-
ten äusseren 100-500 Mikrometer des Pulverkorns. Zusätzlich befindet sich ein Anteil des
Sprengöls auch in den Lochzonen des TLP. Dank diesem gezielt einstellbaren, schichtwei-
sen Aufbau waren nun erstmals TLP zugänglich, welche ein spezielles, gezielt steuerbares
Abbrandverhalten aufweisen, welches mehrere positive Eigenschaften einbringt: So kön-
20 nen unakzeptabel hohe Spitzengasdrücke vermieden werden, da durch den schichtartigen
Aufbau der Aussen- und Innenzonen des Pulverkorns das Abbrandverhalten vorteilhaft be-
einflusst wird. Als Resultat dieser Eigenschaft kann der Energieinhalt dieser funktionalen
Materialien besser in kinetische Mündungsenergie umgesetzt werden. Durch die Möglich-
keit einer gezielten Anpassung der Verteilungsprofile von Sprengöl und Phlegmatisator
25 lassen sich TLP mit optimalem Abbrandverhalten für unterschiedliche Kalibergrössen reali-
sieren. Dadurch wird eine maximale Flexibilität bezüglich Adaption für unterschiedliche
Waffen- und Munitionstypen ermöglicht. Als Folge weisen die Pulver eine hohe kinetische
Mündungsenergie und einem hohen thermischen Wirkungsgrad auf.

Zusätzlich bewirkt der schichtweise Aufbau der Aussenhaut und der Innenzonen der neuar-
tigen Pulver ein Abbrandverhalten, welches weitgehend unabhängig von der Temperatur

des Pulverkörpers ist. Dies bedeutet, dass innerhalb eines breiten Temperaturbereichs ähnlich hohe Mündungsgeschwindigkeiten und Spitzengasdrücke resultieren. Dies hat zur Folge, dass unabhängig von der Umgebungstemperatur, bei welcher die Munition verschossen wird, eine ähnlich hohe Mündungsenergie zur Verfügung steht, d.h. das Treibladungspulver verhält sich weitgehend temperaturunabhängig.

Schliesslich weisen die funktionalen Materialien sehr hohe Schüttdichten auf. Die Schüttdichte ist ein Mass dafür, welches Gewicht an Treibladungspulver in einer bestimmten Volumeneinheit untergebracht werden kann und wird typischerweise in der Einheit g_{TLP}/l angegeben. Diese positive Eigenschaft ist von grosser Bedeutung, da das Hülsenvolumen einer gegebenen Munitionskomponente vorgegeben ist. Je mehr Pulvermenge sich in diesem vorgegebenen Hülsenvolumen unterbringen lässt, umso höher ist das Potential, welches sich in kinetische Energie umsetzen lässt. So kann z.B. bei vergleichbarem Spitzengasdruck eine gegenüber konventionellen einbasigen TLP um bis zu 12% erhöhte Mündungsenergie erreicht werden.

15 Darstellung der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren der eingangs genannten Art anzugeben, welches die präzise Einstellung der Schichtstruktur erlaubt.

Die Lösung ist durch die Merkmale des Anspruchs 1 definiert. Gemäss der Erfindung werden der Weichmacher und/oder der Phlegmatisator in Form einer wässrigen Emulsion in das aufnahmefähige (unimprägnierte) Korn, d.h. in das sogenannte Grünpulver eindiffundiert.

Die Erfindung basiert auf der überraschenden Erkenntnis, dass sich die Imprägnierung zur Herstellung der funktionalen Materialien auch in einer wässrigen Emulsion durchführen lässt, wobei ebenfalls TLP mit dem gewünschten schichtartigen Aufbau resultieren. Die vorliegende Erfindung beinhaltet daher den Prozess der Imprägnierung eines unbehandel-

ten einbasigen Grünpulvers in wässriger Emulsion, sowie der anschliessenden Fertigstellung zur Bereitstellung der funktionalen, schichtartig aufgebauten TLP.

- Die Erfindung unterscheidet sich somit deutlich von den bekannten Verfahren, bei welchen Imprägnierungen, mittels deren sich die schichtartige Verteilung des Sprengöls und des Phlegmatisators gezielt einstellen lassen, typischerweise in sogenannten Poliertrommeln durchgeführt werden. Bei diesen bekannten Verfahren wird einer Charge von unimprägniertem Pulver (Grünpulver) eine flüssige Imprägniersubstanz (oder ggf. eine Lösung einer festen Imprägniersubstanz, gelöst in einem geeigneten Lösungsmittel), zugesetzt, wobei die Imprägniersubstanz unter Drehwirkung und bei erhöhter Temperatur in das Pulverkorn eindiffundiert wird. Das Problem, das bei diesen bekannten Verfahren beim Eindiffundieren von hochempfindlichen Sprengölen wie etwa Nitroglycerin infolge akuter Sicherheitsrisiken entstehen würde und die Herstellung grösserer Mengen der funktionalen hochenergetischen Materialien beträchtlich erschweren, wenn nicht sogar verunmöglichen würde, ist beim erfindungsgemässen Verfahren vermieden.
- 15 Das Imprägnierungsverfahren kann in einem 2-Stufenprozess oder in einem 1-Stufenprozess durchgeführt werden. Beim 2-Stufenprozess wird das Grünkorn zunächst in einer wässrigen Emulsion mit dem Sprengöl behandelt. Nach Beendigung der Einwirkung wird die überschüssige Emulsion abgepumpt. Die flüssigen Anteile im Reaktor können durch ein Sieb abgelassen werden. Danach wird der (im Reaktor verbleibenden) Pulvermasse in einem weiteren Prozessschritt einer wässrigen Emulsion enthaltend den polymeren Phlegmatisator ausgesetzt. Dieses Vorgehen erlaubt eine gute Kontrolle der Prozessparameter.

- 25 Beim 1-Stufenprozess wird, analog dem 2-Stufenprozess, das Grünkorn zunächst mit einer wässrigen Emulsion des Sprengöls behandelt. Nach Beendigung der Einwirkzeit wird die verbleibende Emulsion aber nicht vom Pulver abgetrennt, sondern unter Zugabe des polymeren Phlegmatisators weiterverwendet. Durch Variation der Zugabezeiten des Sprengöls oder des polymeren Phlegmatisators sowie des Zeitpunktes können die Konzentrationsprofile gezielt verändert werden. Der 1-Stufenprozess beinhaltet weniger Prozessschritte und ist daher wirtschaftlicher.

Der eingesetzten wässrigen Emulsion können sowohl beim 1-Stufen- als auch beim 2-Stufenprozess nach Bedarf bekannte Hilfsstoffe (Stabilisatoren und/oder Netzmittel) beigegeben werden, welche unter anderem die Schaumbildung unterdrücken, die Emulsion stabilisieren oder das Eindringverhalten der Wirkungskomponenten gezielt beeinflussen können.

Die Vorteile der schichtartig aufgebauten TLP gegenüber einem konventionellen einbasigen TLP sind in der folgenden Tabelle illustriert. Man erkennt deutlich, dass mit dem neuen, zu schützenden Herstellungsprozess schichtartig aufgebaute TLP erhalten werden, welche ähnlich vorteilhafte Eigenschaften aufweisen wie die in der EP 0 960 083 A1 beschriebenen Materialien, d.h. über den gesamten Temperaturbereich lässt sich unter waffenverträglichen Bedingungen ein markant erhöhtes Leistungspotential realisieren (vgl. Tabelle 1).

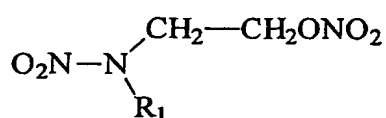
Pulvertyp	Lochzahl	Explosions- wärme	Schütt- dichte	V_0 (p_{max}) 21°C	Mündungs- energie 21°C	V_0 (p_{max}) Temp.	Mündungs- energie Temp.
TLP gemäss Beispiel 1	7	3999	1062	1438 m/s (4433 bar)	1271 J/g	1416 m/s (4243 bar) -32°C	1240 J/g -32°C 1285 J/g 62°C
Konventionell einbasig	7	3650	1000	1381 m/s (4134 bar)	1191 J/g	1320 m/s (3399 bar) -30°C	1089 J/g -30°C 1244 J/g 62°C
Gewinn Mündungs- energie mit TLP gemäss Beispiel gegenüber konv. TLP					7%		14%
							3%

Ein weiterer Aspekt der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung von neuartigen funktionalen Materialien, welche gegenüber den oben beschriebenen Materialien verbesserte Eigenschaften aufweisen. Bei den in B. Vogelsanger, K. Ryf, Int. Annu. Conf. ICT (1998), 29th(Energetic Materials), 38.1-38.14, beschriebenen Materialien werden für die Imprägnierung ausschliesslich Sprengöle wie Nitroglycerin verwendet. Diese weisen jedoch bekanntermassen einige Nachteile auf. Ein solcher Nachteil ist die extrem hohe Empfindlichkeit dieser Sprengöle. So weisen Nitroglycerin und Dinitrodiglykol je eine Schlagempfindlichkeit von lediglich 0.2 Nm auf, was deren Handhabung bei der Verarbeitung stark erschwert und einschränkt. Ein weiterer Nachteil dieser Sprengöle ist deren hoher Energieinhalt (Explosionswärme), der für Nitroglycerin 6542 J/g und für Dinitrodiglykol 4527 J/g beträgt. Enthält das Pulver nun grössere Mengen dieser Sprengöle, erhöht sich beim Abbrand die Flammtemperatur und führt hiermit zu einer Zunahme der Rohrerosion.

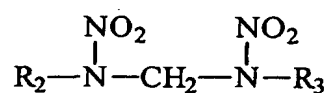
Es wurde nun überraschenderweise gefunden, dass diese Sprengöle im Imprägnierungsprozess durch energetische Weichmacher ersetzt werden können, welche einen tieferen Energieinhalt und vorteilhafte thermodynamische Eigenschaften aufweisen und welche zusätzlich weniger schlagempfindlich sind. Die hieraus resultierenden neuartigen Pulver zeichnen sich überraschenderweise durch ein deutlich verbessertes Verhältnis von V_0 / P_{max} aus, d.h. bei Ausnutzung der Druckreserven können höhere Mündungsgeschwindigkeiten realisiert werden. Darüber hinaus weisen derartige funktionale Materialien auch ein günstiges Verhältnis von $\Delta V_{0\ TLP} / \Delta P_{max\ TLP}$ auf, d.h. pro Gramm Ladungszunahme steigt die Mündungsgeschwindigkeit gegenüber dem Druck stärker an als bei TLP auf Basis von Sprengölen. Dieser Effekt wird im weiter unten angegebenen Beispiel 3 verdeutlicht.

In der Pulvertechnik ist eine Vielzahl von energetischen Weichmachern bekannt. Hierzu gehören insbesondere niedermolekulare aliphatische Salpetersäureester, Nitroverbindungen, Nitramine und Azide. Eine hierzu besonders geeignete Stoffklasse bilden die sogenannten 2-Nitroxyethyl-nitramine (Alkyl-NENA) mit der allgemeinen Strukturformel I, wobei R_1 ein aliphatischer Rest darstellt. Eine weitere besonders geeignete Stoffklasse

- hierfür bilden die sogenannten Dinitro-diazaalkane der allgemeinen Formel II, wobei R_2 und R_3 für aliphatische Reste stehen. Die Verwendung von Substanzen der allgemeinen Struktur II ist in der Pulvertechnik bekannt, doch wurden diese Substanzen bisher nie schichtweise in die Pulvermatrix eingebaut, sondern befanden sich homogen in der Pulvermatrix verteilt analog einem 2-basigen TLP (vgl. EP 960083A 1). Die Weichmacher können einzeln oder gemischt in das Grünkorn eingebracht werden.



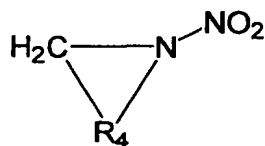
(I)



(II)

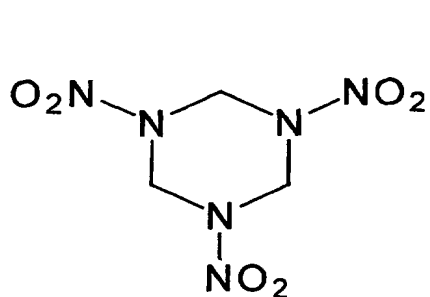
10

- Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind zudem neuartige funktionale Materialien, welche in der Grundmatrix aus Nitrocellulose zusätzlich einen kristallinen Energieträger enthalten. Derartige kristalline Energieträger sind an sich bekannt. Es handelt sich hierbei z.B. um sogenannte kristalline Nitramine der allg. Formel III. Dabei bildet der Rest R_4 Teil eines Ringsystems und kann bevorzugt weitere Einheiten der Struktur $(-\text{CH}_2-\text{N}-\text{NO}_2)$ enthalten.

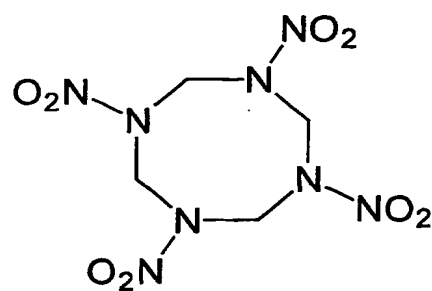


(III)

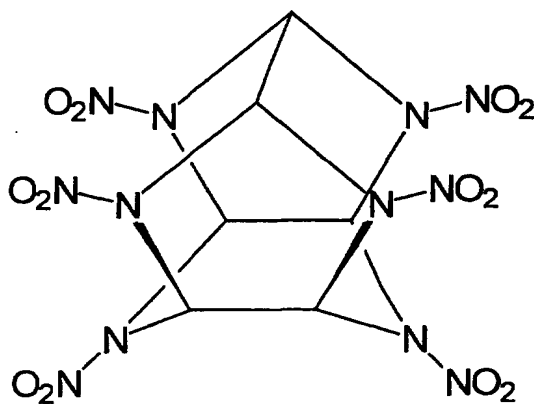
Besonders bevorzugte Verbindungen der Struktur III sind Hexogen IV, Oktogen V und CL-20 VI.



(IV)



(V)



(VI)

Die obere Grenze des Gehalts an kristallinem Energieträger ergibt sich derart, dass die mechanische Festigkeit des resultierenden Pulverkorns auch bei Tieftemperatur erhalten bleibt. Um den erwarteten positiven Effekt ballistisch zu erkennen, sollte die Menge nicht
5 kleiner als ca. 5% sein. Diese Verbindungen der allgemeinen Struktur III oder Gemische davon werden daher in Mengen zw. 5-80%, bevorzugt 10-50% der gesamten Pulvermasse, der Nitrocellulose-Matrix beigemischt und sind homogen im fertiggestellten Korn verteilt. Die derart vorbehandelten Pulver (welche funktional dem Grünpulver entsprechen) werden anschliessend durch einen Imprägnierungsprozess, welcher den zuvor beschriebenen
10 schichtweisen Kornaufbau ergibt und ebenfalls Bestandteil der vorliegenden Erfindung ist, mit einem energetischen Weichmacher und einem Phlegmatisator behandelt. Der Vorteil dieser schichtartig aufgebauten funktionalen Materialien besteht darin, dass sie gegenüber den funktionalen Materialien, welche keinen kristallinen Energieträger in der Kornmatrix enthalten, einen erhöhten Energieinhalt aufweisen, welcher Dank dem speziellen
15 Schichtaufbau in systemverträglicher Weise optimal in kinetische Energie umgesetzt werden kann.

Stichwortartig zusammengefasst lässt sich die Erfindung wie folgt umschreiben:

- 1) Imprägnierungsprozess: Behandlung in wässriger Emulsion eines „Grünpulvers“ aus Nitrocellulose beliebiger Form mit einem Sprengöl als energetischem Weichmacher und einem Phlegmatisator in 1- oder 2-Stufenprozess.
20
- 2) Neuartige funktionale energetische Materialien mit schichtartigem Aufbau hergestellt gemäss 1), welche aber anstelle von Sprengöl einen unempfindlichen energetischen Weichmacher des Typs I oder II oder Mischungen davon enthalten, sowie deren Herstellungsprozess in wässriger Emulsion und deren Verwendung als
25 Treibladungspulver.

- 3) Neuartige funktionale energetische Materialien hergestellt gemäss 1) oder 2), welche zusätzlich einen kristallinen Energieträger des Typs III, homogen verteilt in der Korn-Matrix, enthält, deren Herstellungsprozess in wässriger Emulsion und deren Verwendung für die Herstellung von Treibladungspulver.
- 5 Der Imprägnierungsprozess zur Herstellung der hochenergetischen funktionalen Materialien ist im Folgenden beschrieben. Der Imprägnierungsprozess geht von unbehandeltem Grünpulver beliebiger Form aus, welches im Wesentlichen aus Nitrocellulose mit einem N-Gehalt zw. 11-13.5% besteht. Das verwendete Grünpulver kann gegebenenfalls in der Pulvertechnik bekannte Zusätze zur Stabilisierung, Rohrschonung, Weichmachung und Feuerscheindämpfung enthalten. Bekannte Zusätze, welche geeigneterweise eingesetzt werden, sind zur Stabilitätserhöhung etwa Natriumhydrogenkarbonat (CAS-#:144-55-8), Calciumkarbonat (CAS-#: 471-34-1), Magnesiumoxid (CAS-#: 1309-48-4), Akardit II (CAS-#: 724-18-5), Centralit I (CAS-#: 90-93-7), Centralit II (CAS-#: 611-92-7), 2-Nitrodiphenylamin (CAS-#: 836-30-6) und Diphenylamin (CAS-#: 122-39-4), zur Weichmachung etwa Diethylphthalat (CAS-#: 84-66-2), Campher (CAS-#: 76-22-2), Dibutylphthalat (CAS-#: 84-74-2), Di-n-propyladipat (CAS-#: 106-19-4) oder Methylphenylurethan (CAS-#: 261-79-6), zur Rohrschonung etwa Magnesiumoxid (CAS-#: 1303-48-4), Molybdäntrioxid (CAS-#: 1313-27-5), Magnesiumsilikat (CAS-#: 14807-96-6), Calciumkarbonat (CAS-#: 471-34-1) oder Titandioxid (CAS-#: 13463-67-7), und zur Feuerscheindämpfung etwa Natriumoxalat (CAS-#: 62-76-0), Kaliumbitarat (CAS-#: 868-14-4), Natriumhydrogenkarbonat (CAS-#: 144-55-8), Kaliumhydrogenkarbonat (CAS-#: 298-14-6), Natriumoxalat (CAS-#: 62-76-0), Kaliumsulfat (CAS-#: 7778-80-5) oder Kaliumnitrat (CAS-#: 7757-79-1). Ferner kann das Grünpulver noch weitere bekannte Zusätze, etwa zur Verbesserung des Anzündverhaltens und zur Modulierung des Abbrandverhaltens, enthalten. Alle die erwähnten Zusätze sind während der Grünkornherstellung dem Pulverteig zugegeben worden, d.h. sie sind gleichmässig in der Kornmatrix verteilt. Die Gesamtmenge dieser Zusätze im Grünkorn liegt zw. 0-20% gegenüber der Nitrocellulose, bevorzugt zw. 5-15%.

Beim Grünpulver handelt es sich typischerweise um zylinderförmige Ein- oder Mehrlochkornpulver mit einem Verhältnis Durchmesser/Kornlänge zw. 0.5-2.0, bevorzugt 0.9-1.5. Die

Aussendurchmesser der Grünpulver liegen im Bereich zw. 0.5-10 mm, bevorzugt 0.5-5 mm. Die Lochdurchmesser liegen im Bereich zw. 0.03-0.7 mm. Das Grünkorn kann auf bekannte Weise durch Verpressung eines lösungsmittelhaltigen Pulverteigs in einer Strangenpresse oder mittels Extrusion erhalten werden.

- 5 Das erfindungsgemässe Herstellungsverfahren kann einstufig oder zweistufig sein. Der Imprägnierungsprozess soll zunächst am 2-Stufenverfahren verdeutlicht werden: Das oben beschriebene Grünpulver wird in einen metallischen Reaktorkessel gegeben, welcher mit Deckeleinlassventil, Bodenauslassventil, mechanischen und statischen Strömungseinbauten und Anschlüssen für Vakuum ausgerüstet ist und welcher mit der 1-5-fachen Menge
- 10 Wasser (gegenüber der zu behandelnden Pulvermenge) beschickt ist. Das Pulver kann zunächst unter Rühren während 4-24 Stunden bei einer Temperatur von 20-85 °C vorgebadet werden. Danach wird während einer Zeitdauer von 10-60 Minuten eine Lösung des Sprengöls (ca. 20% in geeignetem Lösungsmittel gelöst) zugegeben, wobei der Anteil des Sprengöls gegenüber dem eingesetzten Grünkorn im Bereich von 3-20% liegt. Man lässt
- 15 nun während 2-8 Stunden weiterbehandeln, bevor man den Druck auf 400 – 600 mbar reduziert und das Lösungsmittel aus der Flotte abdestilliert. Das wiedergewonnene Destillat kann gegebenenfalls im Prozess rezykliert werden. Danach wird der Ansatz abgekühlt und die verbleibenden flüssigen Anteile durch das Bodenventil im Reaktorboden abgelassen. Hiernach wird dem Reaktor eine bezüglich der Pulvermasse wiederum eine 1-
- 20 5-fache Menge Frischwasser zugeführt und auf 80°C erwärmt. Danach gibt man während einer Zeitdauer von 10-60 Minuten eine Emulsion des polymeren Phlegmatisators (ca. 10% in Wasser, Anteil gegenüber Grünkorn zw. 1-5%) zu. Dabei können den eingesetzten Lösungen des Sprengöls und des polymeren Phlegmatisators gegebenenfalls kleine Mengen an Hilfsstoffen, etwa zur Stabilisierung der Emulsion oder zur Erhöhung der
- 25 Stabilität des TLP, beigemischt sein. Unter optimaler Backmixeinstellung (hängt vom Pulverkorn ab) lässt man während 2-6 Stunden weiterbehandeln bevor der Ansatz wieder auf Raumtemperatur angekühlt wird. Danach werden die verbleibenden flüssigen Anteile durch das Bodenventil des Reaktorkessels, welches mit einem feinmaschigen Sieb versehen ist, abgelassen. Im Reaktorkessel verbleibt das imprägnierte funktionale
- 30 Material, welches nach dem Wegnehmen des Siebs aus dem Reaktorkessel ausgeladen

und auf engmaschigen Metallsieben zum Trocknen mittels durchströmender Warmluft ausgebreitet wird.

Beim 1-Stufenprozess wird analog zum oben beschriebenen 2-Stufenprozess vorgegangen mit dem einzigen Unterschied, dass nach Beendigung der Einwirkzeit der Sprengöllösung
5 die flüssigen Anteile im Reaktor verbleiben und dazu direkt die Phlegmatisatoremulsion zugegeben wird. Durch Variation der Zugabezeiten, der Einwirkungszeiten und des Zeitpunktes der Druckabsenkung kann die Abbrandcharakteristik des fertiggestellten Pulvers gezielt beeinflusst werden.

Es hat sich in der Praxis gezeigt, dass sich beim 1-Stufenprozess die Steuerparameter ziel-
10 genauer einstellen lassen. Darüberhinaus ist der 1-Stufenprozess infolge der kleineren Anzahl von Prozessschritten wesentlich kostengünstiger.

Das mittels dem oben beschriebenen 1- resp. 2-Stufenverfahren erhaltene funktionale Material wird schliesslich durch Aufpolieren von 0.01-2% Graphit und gegebenenfalls weiteren bekannten Hilfsstoffen in Mengen von 0-4% auf bekannte Weise in einer Poliertrom-
15 mel fertiggestellt. Dabei wurde überraschenderweise gefunden, dass sich die funktionalen Materialien in diesem Polierprozess in Treibladungspulver mit ausserordentlich hohen Schüttdichten von 1060 - 1100 g/l überführen lassen. Dies erlaubt, in ein gegebenes Hül-senvolumen ein Maximum an Lademenge einzubringen.

Als geeignete Sprengöle können Nitroglycerin (CAS-#: 55-63-0) oder Diethylenglykoldi-
20 nitrat (Dinitrodiglykol, CAS-#: 693-21-0) eingesetzt werden. Es ist eine Vielzahl von Verbindungen möglich, welche sich als geeignete Phlegmatisatoren verwenden lassen. Einerseits muss die Affinität mit der Nitrocellulose derart sein, dass der Phlegmatisator mit dem geeigneten Lösungsmittel als Transportmedium (Carrier) in das Pulverkorn eindiffundieren kann. Andererseits darf nach der Entfernung des Lösungsmittels keine weitere Diffusion
25 eintreten, welche zu einer Veränderung des Verteilungsprofils führen würde. Als geeignet haben sich hierzu organische Ether- und Esterverbindungen mit einem Molekulargewicht zw. 100-100'000, bevorzugt zwischen 1000-10'000, erwiesen.

- Eine bisher unbekannte neuartige Klasse von funktionalen energetischen Materialien wird erhalten, indem die oben beschriebenen Sprengöle durch weniger schlagempfindliche (vereinfacht gesagt: "unempfindliche") energetische Weichmacher der allgemeinen Strukturen I oder II ersetzt werden. Einerseits wurde überraschenderweise gefunden, dass sich
- 5 diese neuartigen funktionalen Materialien durch ein besonders günstiges Verhältnis von V_0 / P_{max} auszeichnen. Darüberhinaus weisen derartige funktionale Materialien ein günstiges Verhältnis von ΔV_0_{gTLP} / ΔP_{max}_{gTLP} auf, d.h. pro Gramm Ladungszunahme steigt die Mündungsgeschwindigkeit gegenüber dem Druck stärker an als bei schichtartigen TLP auf Basis von Sprengölen.
- 10 Zweitens führen diese unempfindlichen energetischen Weichmacher im Vergleich zu herkömmlichen Sprengölen zu einer Erniedrigung der Explosionswärme um 150-200 J/g, was eine Absenkung der Flammtemperatur während des Pulverabbrandes und damit eine Verbesserung der Rohrlebensdauer bewirkt.
- Die Herstellung der neuartigen funktionalen Materialien mit energetischen Weichmachern
- 15 der allg. Strukturen I und II geht, analog den oben beschriebenen sprengöhlhaltigen funktionalen Materialien, von einem unbehandelten Grünkorn auf Basis von Nitrocellulose aus. Auch der Imprägnierungsschritt in wässriger Emulsion verläuft analog wie zuvor mit der einzigen Ausnahme, dass anstelle der Sprengöle nun energetische Weichmacher der allg. Strukturen I oder II oder Mischungen davon eingesetzt werden. Als vorteilhaft haben sich
- 20 Verbindungen mit $R_1 = C_1-C_{10}$ -Alkyl, C_1-C_{10} -Alkoxy oder Aryl, R_2 und R_3 unabhängig voneinander C_1-C_5 -Alkyl oder C_1-C_5 -Alkoxy erwiesen. Besonders bevorzugt sind Verbindungen mit $R_1 = C_1-C_4$ (Methyl, Ethyl, n-Propyl, i-Propyl, n-Butyl, i-Butyl, t-Butyl), R_2/R_3 unabhängig voneinander C_1-C_2 (Methyl, Ethyl).
- Eine weitere Klasse bisher unbekannter funktionaler energetischer Materialien erhält man,
- 25 indem man dem vorher beschriebenen Grünkorn zusätzlich einen kristallinen Energieträger der allgemeinen Formel III beimischt. Die kristallinen Energieträger können gegebenenfalls vor der Einarbeitung in den Pulverteig mittels Mahlung in ihrer Grössenverteilung angepasst werden oder mittels Umkristallisation gegebenenfalls gereinigt werden. Die Herstel-

lung des Grünkorns erfolgt zwecks Erreichen einer homogenen Verteilung der kristallinen Energieträger in der Matrix mittels bekannter Verfahren wie zum Beispiel durch Extrusion mit Hilfe von Static Mixers oder durch Verarbeitung in Doppelschneckenextrudern.

- 5 Die Verwendung der obigen neuartigen hochenergetischen funktionalen Materialien mit schichtartigem Kornaufbau ist als Treibladungs-Schüttpulver, insbesondere für Mittel- und Kleinkaliber-Anwendungen, geeignet.

Aus der nachfolgenden Detailbeschreibung und der Gesamtheit der Patentansprüche ergeben sich weitere vorteilhafte Ausführungsformen und Merkmalskombinationen der Erfindung.

10 Wege zur Ausführung der Erfindung

Beispiel 1 : *Herstellungsprozess in wässriger Emulsion*

- 200 kg eines 7-Loch-Grünpulvers mit 2.77 mm Aussendurchmesser, 3.17 mm Länge und 0.12 mm Lochdurchmesser, aufgebaut aus den festen Anteilen von 1.2% Akardit-II, 1% Calciumkarbonat, 0.4% Kaliumsulfat und 97.4% Nitrocellulose mit einem Stickstoffgehalt
15 von 13.15% und hergestellt auf in der Pulvertechnik bekannte Weise durch Verpressen eines lösungsmittelfeuchten Knetteigs durch eine Matrize, werden in einem 1000 Liter Stahlreaktor ausgerüstet mit mechanischem Flügelrührer, Deckeleinlassventil, Bodenauslassventil sowie und Anschlüssen für Vakuum, mit der zweifachen Menge Wasser versetzt.

- Anschliessend wird der Ansatz auf eine Temperatur von 85°C erwärmt und unter ständi-
20 gem Rühren unter Halten der Temperatur während 15 Stunden vorgebadet. Danach wird bei 80°C eine Mischung enthaltend 12.5 kg Nitroglycerin und 0.25 kg 2-Nitrodiphenylamin, gelöst in 60 Liter Ethanol, während einer Zeitdauer von 30 Minuten zugetropft. Man lässt nun während 2 1/4 Stunden bei optimaler Backmixeinstellung (Pulverbett vollständig in Schwebel) behandeln und tropft anschliessend während einer Zeitdauer von 15 Minuten
25 eine Suspension enthaltend 1.97 kg eines bei Raumtemperatur hochviskosen, nicht festen

Polyesters mit mittlerem Molekulargewicht von 3000 (welcher wasserlöslich ist und als Phlegmatisator wirkt) in 30 kg Wasser zu. Anschliessend lässt man unter Rühren während weiteren 2 Stunden bei einer Temperatur von 80°C nachbehandeln. Anschliessend wird der Druck im Reaktorkessel langsam auf 600 mbar reduziert und Teile des Lösungsmittels aus der Flotte abdestilliert. Danach wird das Vakuum gebrochen und der Ansatz auf Raumtemperatur abgekühlt. Danach werden die verbleibenden flüssigen Anteile des Ansatzes durch Öffnen des Bodenventils abgelassen, die verbleibende feuchte Pulvermasse mit 100 Liter Frischwasser und während 2 Std. mit abgeschalteter Heizung weitergerührt. Danach werden die flüssigen Anteile erneut durch das Bodenventil abgelassen und die verbleibende feuchte Pulvermatrix anschliessend aus dem Reaktor entfernt.

Das feuchte Pulver wird nun gleichmässig auf grobmaschigen Metallsieben ausgebreitet und mit durchströmender Warmluft bei einer Temperatur von 60°C während 24 Stunden getrocknet. Das TLP wird schliesslich durch Aufpolieren von ca. 0.3% Graphit und gegebenenfalls durch Behandlung mit speziellen Moderatoren auf bekannte Weise in der Poliertrommel fertiggestellt.

Das fertiggestellte TLP weist eine Explosionswärme von 3999 J/g auf, seine Schüttdichte beträgt 1062 g/Liter. In einer 25 mm Rohrwaffe lässt sich bei einem unterkalibrigen Pfeilgeschoss der Masse 123 g bei 21°C eine Mündungsgeschwindigkeit von 1438 m/s erreichen unter Einhaltung der waffenmässig zulässigen Spitzengasdrucks, was einer Mündungsenergie von 1271 J/g_{TLP} entspricht.

Bei -32°C erreicht dasselbe Pulver bei gleicher Ladung wie zuvor eine Geschwindigkeit von 1416 m/s auf, bei 62°C eine solche von 1442 m/s. Demgegenüber ergibt ein konventionelles einbasiges TLP, geschossen im gleichen Waffensystem wie zuvor mit einer unterkalibrigen Pfeilmunition der Masse 130 g bei 21°C eine Mündungsgeschwindigkeit von 1381 m/s, was einer Mündungsenergie von 1191 J/g entspricht. Bei -30°C ergibt sich eine Mündungsgeschwindigkeit von 1320 m/s, bei 50°C eine solche von 1411 m/s.

Beispiel 2: Herstellungsprozess in wässriger Emulsion

Analog Beispiel 1 werden 200 kg eines 7-Loch-Grünpulvers mit 2.57 mm Aussendurchmesser, 2.94 mm Länge und einem mittleren Lochdurchmesser von 0.16 mm, aufgebaut aus den festen Anteilen von 1.2% Akardit-II, 0.2% Calciumkarbonat, 1.4% Kaliumsulfat und 97.2% Nitrocellulose mit einem Stickstoffgehalt von 13.15%, mit 14.4 kg Nitroglycerin und
5 3.3 kg desselben Polyesters wie in Beispiel 1 behandelt. Das nach der Fertigstellung analog Beispiel 1 resultierende Treibladungspulver weist eine Schüttdichte von 1063 g/l bei einer Explosionswärme von 3961 J/g auf.

In einer 20 mm Rohrwaflle lässt sich bei einem Geschoss der Masse 126 g und einer Ladungsmasse von 44.5 g bei 21°C eine Mündungsgeschwindigkeit von 1063 m/s bei einem
10 Spitzengasdruck von 4146 bar (Einhaltung des waffenmässig zulässigen Spitzengasdrucks) erreichen, was einer kinetischen Mündungsenergie von 1601 J/g_{TLP} und einem thermischen Wirkungsgrad von 0.404 entspricht.

Beispiel 3: TLP mit energetischem Weichmacher

Analog Beispiel 2 werden 200 kg eines 7-Loch-Grünpulvers mit 2.65 mm Aussendurchmesser, 3.06 mm Länge und einem mittleren Lochdurchmesser von 0.16 mm, aufgebaut
15 aus den festen Anteilen von 1.2% Akardit-II, 0.2% Calciumkarbonat, 1.4% Kaliumsulfat und 97.2% Nitrocellulose mit einem Stickstoffgehalt von 13.15%, mit 14.4 kg einer Mischung von 60% Methyl-NENA (Verbindung I, R₁ = Methyl) und 40% Ethyl-NENA (Verbindung I, R₁ = Ethyl) sowie mit 2.8 kg desselben Polyesters wie in Beispiel 1 behandelt. Das resultierende
20 Treibladungspulver weist eine Schüttdichte von 1070 g/l bei einer Explosionswärme von 3799 J/g auf.

In einer 20 mm Rohrwaflle lässt sich bei einem Geschoss der Masse 126 g und einer Ladungsmasse von 44.5 g bei 21°C eine Mündungsgeschwindigkeit von 908 m/s erreichen, bei einer Ladungsmasse von 42 g dagegen werden 853 m/s erreicht. Pro Gramm Ladung
25 resultiert hiermit ein Geschwindigkeitszuwachs von 22.0 m/s bei einem Druckzuwachs von 116.4 bar, was einem Verhältnis $\Delta V_{0 \text{ gTLP}} / \Delta P_{\text{max gTLP}}$ von 0.19 entspricht. Beim TLP aus Beispiel 2 weist dasselbe Verhältnis einen Wert von lediglich 0.07 auf. Beim Herausfla-

den (Zufügen von Ladung) geht also bei TLP von Beispiel 3 die Geschwindigkeitszunahme mit einer deutlich tieferen Druckzunahme einher als beim Treibladungspulver von Beispiel 2.

Beispiel 4: TLP mit Kornmatrix aus Nitrocellulose + kristallinem Energieträger

- 5 Analog Beispiel 3 werden 200 kg eines 7-Loch-Grünpulvers mit 3.00 mm Aussendurchmesser, 3.50 mm Länge, einem mittleren Lochdurchmesser von 0.17 mm und einer Dichte von 1.62 g/ml, aufgebaut aus den festen Anteilen von 20.0% RDX (auch als Hexogen bezeichnet; vgl. Struktur IV) einer mittleren Korngröße von 5 Mikrometer, 1.0% Akardit-II, 0.4% Calciumkarbonat, 0.6% Kaliumsulfat, 1% Restlösungsmittel und 77%
- 10 Nitrocellulose mit einem Stickstoffgehalt von 12.6%, mit 14.4 kg einer Mischung von 60% Methyl-NENA (Verbindung I, R_1 = Methyl) und 40% Ethyl-NENA (Verbindung I, R_1 = Ethyl) sowie mit 2.8 kg einer bei Raumtemperatur viskosen, nicht festen Polyester Verbindung mit einem mittleren Molekulargewicht von 3000 behandelt. Das nach der Fertigstellung analog Beispiel 1 resultierende Treibladungspulver weist eine Schüttdichte von 1071 g/l bei einer
- 15 Explosionswärme von 3963 J/g auf.

Zusammenfassend ist festzuhalten, dass neben dem Verfahren zum Herstellen an sich bekannter TLP auch neue TLP vorgeschlagen werden, in denen die bekannten Sprengöle NGL und DEGN durch empfindlichkeitsreduzierte energetische Weichmacher ersetzt sind. Diese TLP sind weniger sensibel auf Erschütterungen. Zur Leistungsoptimierung können

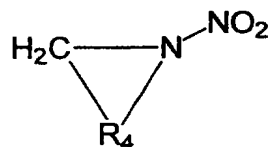
20 der Kornmatrix kristalline Energieträger beigelegt sein.

Die resultierenden, schichtartig aufgebauten TLP weisen bei voller Systemkompatibilität ein gegenüber normalen TLP erhöhtes Leistungsniveau und ein ausgeglichenes Temperaturverhalten auf. Die TLP sind im Vergleich zu zweibasigen TLP günstiger herzustellen und weisen die nachteiligen Abbrandeigenschaften (Rohrerosion) nitraminhaltiger TLP nicht

25 auf.

Patentansprüche

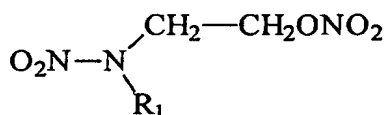
1. Verfahren zur Herstellung eines funktionalen hochenergetischen Materials mit schichtartig strukturiertem Korn enthaltend einen energiereichen Weichmacher und einen polymeren Phlegmatisator, dadurch gekennzeichnet, dass der Weichmacher und/oder der Phlegmatisator in Form einer wässrigen Emulsion in das aufnahmefähige Korn eindiffundiert wird bzw. werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Korn im Wesentlichen aus Nitrocellulose besteht, insbesondere dass es zu mindestens 80% aus Nitrocellulose mit einem Stickstoffgehalt von 11-13.5% besteht.
3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Korn eine zylindrische Struktur hat mit einem Verhältnis von Durchmesser zu Länge zwischen 0.5 und 2.0, einem Aussendurchmesser zwischen 0.5 und 10 mm und dass insbesondere mindestens ein Loch, vorzugsweise mehrere Löcher mit einem Lochdurchmesser zwischen 0.03 und 0.7 mm vorhanden ist bzw. sind.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Korn durch Verpressen eines lösungsmittelhaltigen Pulverteigs aus Nitrocellulose in einer Strangpresse oder mittels Extrusion hergestellt wird, wobei der lösungsmittelhaltige Pulverteig insbesondere Substanzen der allgemeinen Struktur III mit $R_4 = (-CH_2-N-NO_2)_n$ und $n = 2$ oder 3, in einem Gesamtanteil von 5-80% der Trockensubstanz des Pulverteigs enthält, wobei die beigemischten Substanzen bevorzugt die Strukturen IV, V oder VI aufweisen und deren Gesamtanteil im aufnahmefähigen Korn zwischen 10-60% liegt.



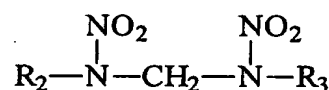
(III)

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass eine Diffusionstiefe im Bereich von 100–500 µm erzeugt wird.
- 5 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass eine Lösung oder Emulsion des energiereichen Weichmachers in einem organischen Lösungsmittel einer Mischung von unbehandeltem Grünpulver in Wasser zugeführt wird, gefolgt von der Zugabe einer Lösung oder Emulsion des Phlegmatisators in Wasser, wobei vorzugsweise die Zugabe der Lösung oder Emulsion des energiereichen Weichmachers in einem organischen Lösungsmittel und die Lösung oder Emulsion von
10 Phlegmatisator in Wasser bei einer Temperatur zwischen 20–85 °C vorgenommen wird.
7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass das zu behandelnde Grünpulver vor der Zugabe der Lösung oder Emulsion des bei Raumtemperatur flüssigen energiereichen Weichmachers in einem organischen Lösungsmittel im Reaktor unter
15 Rühren während 4–24 Stunden bei einer Temperatur von 20–85 °C vorgebadet wird.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, dass das Grünpulver in der 1- bis 5-fachen Gewichtsmenge Wasser vorgelegt wird.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass nach
20 beendeter Zugabe der Lösung oder Emulsion des Phlegmatisators der Druck im Reaktorkessel während 2–6 Stunden auf 400–800 mbar reduziert wird und dass die verbleibenden flüssigen Anteile durch ein Bodensieb aus dem Reaktor abgelassen werden und dass die resultierende Pulvermasse mit warmer Luft getrocknet wird.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass auf die
25 getrocknete Pulvermasse in einer Poliertrommel 0.01–2% Graphit aufgetragen wird, um ein Schüttpulver mit einer Schüttdichte >1000 g/l zu erhalten.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass der energiereiche Weichmacher Nitroglycerin oder Diethylenglykoldinitrat ist oder insbesondere die Struktur I oder II mit $R_1 = C_1-C_{10}$ -Alkyl, C_1-C_{10} -Alkoxy oder Aryl, R_2 und R_3 unabhängig voneinander C_1-C_5 -Alkyl oder C_1-C_5 -Alkoxy aufweist und in einer Menge von 5-20% gegenüber dem Grünpulver eingesetzt wird.

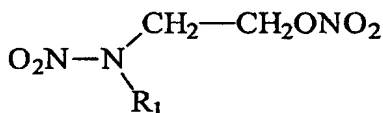


(I)

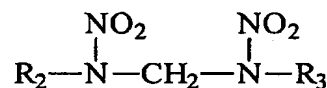


(II)

12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass der energiereiche Weichmacher die Struktur I oder II mit $R_1 = C_1-C_4$ (Methyl, Ethyl, n-Propyl, i-Propyl, n-Butyl, i-Butyl, t-Butyl), und mit R_2/R_3 unabhängig voneinander C_1-C_2 (Methyl, Ethyl) aufweist.



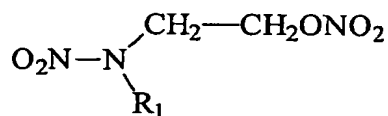
(I)



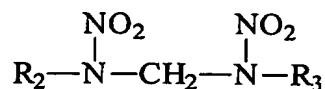
(II)

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass als polymerer Phlegmatisator eine organische Ether- und Esterverbindung mit einem Molekulargewicht zw. 100-100'000 verwendet wird.
14. Funktionales hochenergetisches Material mit schichtartig strukturiertem Korn gebildet durch einen in ein Grünpulver eingebrachten energiereichen Weichmacher und einen polymeren Phlegmatisator, dadurch gekennzeichnet, dass der energiereiche Weichmacher die Struktur I oder II mit $R_1 = C_1-C_{10}$ -Alkyl, C_1-C_{10} -Alkoxy oder Aryl, R_2

und R_3 unabhängig voneinander C_1 - C_5 -Alkyl oder C_1 - C_5 -Alkoxy aufweist und in einer Menge von 5-20% gegenüber dem Grünpulver eingesetzt ist.



(I)



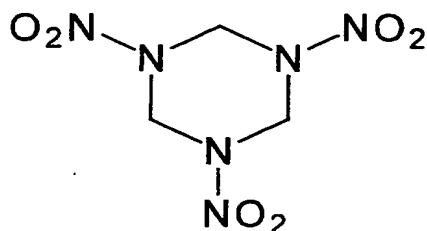
(II)

5

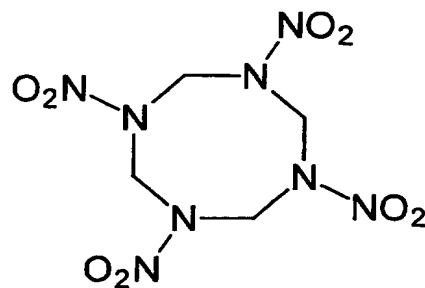
15. Funktionales hochenergetisches Material nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass das Grünpulver durch Verpressung eines lösungsmittelhaltigen Pulverteigs aus Nitrocellulose hergestellt ist, wobei der lösungsmittelhaltige Pulverteig Substanzen der Strukturen IV, V oder VI, in einem Gesamtanteil von 10-60% der Trockensubstanz des Pulverteigs enthält.

10

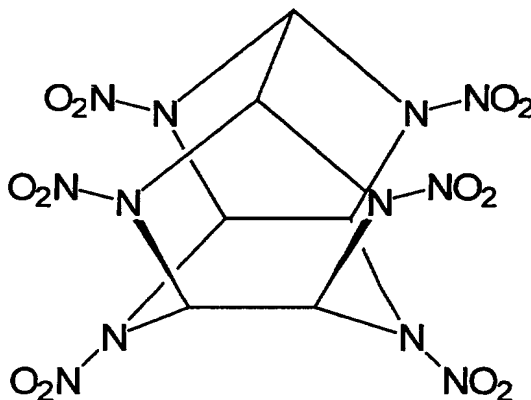
25



(IV)



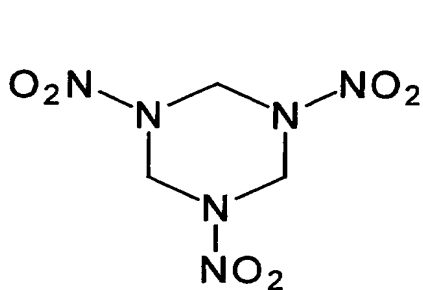
(V)



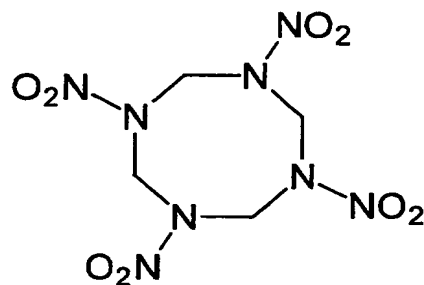
(VI)

- 5 16. Grünkorn zur Herstellung eines funktionalen hochenergetischen Materials mit
schichtartig strukturiertem Korn enthaltend einen energiereichen Weichmacher und
einen polymeren Phlegmatisator, wobei das Grünkorn durch Verpressung eines lö-
sungsmittelhaltigen Pulverteigs aus Nitrocellulose gebildet ist, dadurch gekennzeich-
net, dass der lösungsmittelhaltige Pulverteig Substanzen der Struktur IV, V oder VI, in
10 einem Gesamtanteil von 10-60% der Trockensubstanz des Pulverteigs enthält.

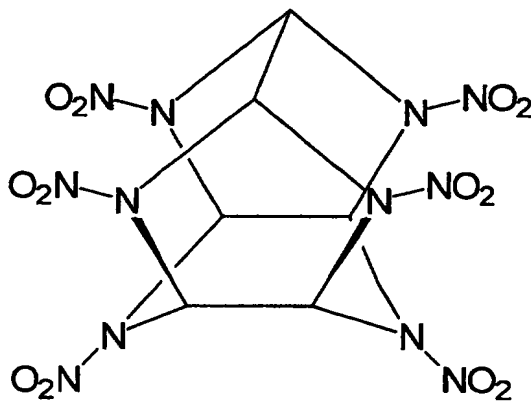
26



(IV)



(V)



(VI)

5

17. Treibladungspulver enthaltend ein hochenergetisches funktionales Material nach Anspruch 14.

18. Munition mit einem Treibladungspulver nach Anspruch 17.

Zusammenfassung

- Das Verfahren zur Herstellung von Treibladungspulver (TLP) mit schichtartigem Kornaufbau geht von einem Grünpulver aus, welches in wässriger Emulsion mit einem energetischen Weichmacher und einem polymeren Phlegmatisator imprägniert wird. TLP lassen sich so in
- 5 industriellen Mengen herstellen, indem die gefährliche Direkt-Einarbeitung eines Sprengöls umgangen wird. Die so hergestellten TLP haben ähnliche Eigenschaften und einen ähnlichen Aufbau wie die vorbekannten TLP.

THIS PAGE BLANK (USPTO)